

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.



Pat. Nr.

DE 29 40 156 A 1

11
21
22
23

Offenlegungsschrift 29 40 156

Aktenzeichen: P 29 40 156.7
Anmeldetag: 3. 10. 79
Offenlegungstag: 17. 4. 80

24

Unionspriorität:

25 26 27

6. 10. 78 Ver. Königreich 39682-78

28

Bezeichnung:

Granulierung von Pigmenten nach dem Fließbettverfahren

29

Anmelder:

CIBA-GEIGY AG, Basel (Schweiz)

30

Vertreter:

Zumstein sen., F., Dr.; Assmann, E., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;
Koenigsberger, R., Dipl.-Chem. Dr.; Holzbauer, R., Dipl.-Phys.;
Zumstein jun., F., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Pat.-Anwälte, 8000 München

31

Erfinder:

Lawrence, Simon Gayner, Dr., Paisley;
Hossack, James, Dr., Barrhead, Glasgow; Schottland (Ver. Königreich)

DE 29 40 156 A 1

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung eines trockenen, staubarmen freifliessenden Pigmentgranulates, dadurch gekennzeichnet, dass man a) ein Pigmentpulver in ein Fliessbett mit einem Granulierungsmittel behandelt; b) das erhaltene Granulat gegebenenfalls mit einem oberflächenaktiven Mittel behandelt und c) das erhaltene Granulat vom Fliessbett entfernt.
2. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigmentpulver vor der Granulierung einem üblichen Trockenmahlverfahren unterworfen oder gesiebt wird.
3. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man organische Pigmente aus der Reihe der Azopigmente, Azomethine oder ihre Metallsalze oder Metallkomplexe, Metallphthalocyanine, welche durch Halogen substituiert sein können, polycyclischen Pigmente, wie Chinacridone, Dioxazine, Küpenfarbstoffe, Anthrachinone und Isoindolione und Salze basischer Pigmente mit Heteropolysäuren des Phosphors, Wolframs, Molybdäns oder Kupferferrocyanids, verwendet.
4. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man ein anorganisches Pigment aus der Reihe des Titandioxides, des roten oder gelben Eisenoxides, Preussischblau, der Blei- und Molybdänchromate, des Cadmiumrot oder Russ verwendet.
5. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Granulierungsmittel nur aus einem organischen Lösungsmittel besteht, und das Ausgangspigment ein anorganisches Pigment mit einem Harzgehalt von mindestens 20 % ist.
6. Verfahren gemäss Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass man als organisches Lösungsmittel einen hochsiedenden geradkettigen aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoff, der bis zu

20 % aromatischen Lösungsmitteln enthalten kann, ein Dialkyl- adipat, -sebacat oder -phthalat, einen hochsiedenden organischen Ester oder Oleylalkohol verwendet.

7. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Granulierhilfsmittel eine Lösung eines Harzes in einem organischen Lösungsmittel verwendet.

8. Verfahren gemäss Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass man als Harz Abietinsäure und ihre Ester, Diglykolmonostearat, Celluloseacetobutyrat; Erdalkalimetallsalze von Fettsäuren mit 12-20 C-Atomen, z.B. Stearinsäure; Fettsäuren mit 12-20 C-Atomen; Fettalkohole; Amine mit 12-20 C-Atomen, z.B. Stearylamin oder Rosinamin; Triglyceride von 12-Hydroxystearinsäure; Malein- und Phenolharze, modifizierte, z.B. hydrierte oder polymerisierte Kolophoniumharze, Glycerinester von Abietinsäure, Alkydharze, mit synthetischer Fettsäure modifizierende Alkydharze, Harze auf Basis von Leinöl oder Rizinusöl, Polyesterharze auf Basis von Phthalsäure, verwendet.

9. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Granulierhilfsmittel eine Lösung oder Dispersion eines Wachses in einem organischen Lösungsmittel verwendet.

10. Verfahren gemäss Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Wachs ein Paraffinwachs einen C_{12} - C_{22} -Fettalkohol oder ein Polyamidwachs ist.

11. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Granulierhilfsmittel ein versprühbares geschmolzenes Wachs ist.

12. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge des Granulierhilfsmittels 5 - 20 % bezogen auf das Pigmentgewicht beträgt.

Granulierung von Pigmenten nach dem Fliessbettverfahren

Die Erfindung betrifft die Granulierung von Pigmenten nach dem Fliessbettverfahren.

Verschiedene Fliessbetttechniken sind bereits bekannt zur Granulierung der verschiedensten Materialien, wie z.B. Pharmaceutika, Agrikulturchemikalien, Farbstoffe, Gerbmittel, optische Aufheller und Nahrungsmittel. So ist beispielsweise in der GB-PS 1,401,304 beschrieben, wie eine Lösung, Suspension oder Schmelze in eine Trockenkammer gesprüht wird, durch welche heisse Luft geblasen wird, wobei das gebildete Granulat kontinuierlich entfernt wird. In diesem Verfahren erfolgt die Trocknung und Granulierung in einer einzigen Stufe.

Nach einer anderen bekannten Fliessbettgranulierung wird ein Pulver in das Fliessbett eingeführt und mit einer Lösung oder Suspension eines Bindemittels besprüht. Auf diese Weise wird das zu granulierende Material mit dem Bindemittel überzogen und die Granulatbildung erfolgt durch Aggregation der überzogenen Partikel.

Dieses Verfahren wird diskontinuierlich durchgeführt und das Ausgangsmaterial muss vor dem Granulierprozess zumindest teilweise getrocknet werden.

Keines dieser bekannten Granulierverfahren wurde bisher mit Erfolg für die Granulierung von Pigmenten eingesetzt. Der Grund liegt wahrscheinlich darin, dass man befürchten musste, dass unter den harten Bedingungen dieser Verfahren die Pigmente ihre Dispergierbarkeit verlieren würden und somit für unbrauchbar für die Anwendung würden.

Die DE-OS 2 844 710 beschreibt Verfahren zur Herstellung eines trockenen staubarmen frei-fließenden Pigmentgranulates durch Behandeln des Pigmentpulvers im Fließbett mit einem oberflächenaktiven Mittel und Wasser.

Es wurde nun gefunden, dass man ein trockenes, staubarmes, frei-fließendes Granulat mit leichter Applizierbarkeit in organischen Medien erhält, wenn man

- a) ein Pigmentpulver im Fließbett mit einem Granulierungsmittel in Abwesenheit von Wasser behandelt
- b) gegebenenfalls das so erhaltene Granulat mit einem oberflächenaktiven Mittel nachbehandelt und
- c) das erhaltene Granulat entfernt.

Ein besonders geeignetes Ausgangsmaterial erhält man nach einem der üblichen Trockenmahl- oder Siebverfahren. Gewünschtenfalls kann das zu granulierende Pigment zwecks Änderung seiner Oberflächeneigenschaften, beispielsweise durch chemische Behandlung oder gröberes Vermahlen präpariert werden.

Ein ebenfalls geeignetes Ausgangsmaterial erhält man auch von Trocknern, welche das Pigment direkt in Pulverform abgeben. Die zu verwendenden Pigmentpulver können vollständig oder teilweise getrocknet und staubarm sein.

Stufe b) kann weggelassen werden, wenn man von einem relativ staubarmen Pigmentpulver ausgeht. Ist das Ausgangspigment jedoch stark stäubend, so empfiehlt sich die Einschaltung von Stufe b) zur Vergrößerung des Kornes und der Fließeigenschaften des nach Stufe a) erhaltenen Granulates.

Es können organische und anorganische Pigmente verwendet werden; als Beispiele von organischen Pigmenten seien genannt: Azopigmente und Azomethine oder ihre Metallsalze oder Metallkomplexe,

Metallphthalocyanine, welche durch Halogen substituiert sein können, polycyclische Pigmente, wie Chinacridone, Dioxazine, Küpenfarbstoffe, Anthrachinone und Isoindolinone und Salze basischer Pigmente mit Heteropolysäuren des Phosphors, Wolframs, Molybdäns oder Kupferferrocyanids. Als Beispiele anorganischer Pigmente seien Titandioxyd, rote und gelbe Eisenoxide, Russ, Blei- und Molybdänchromate, Preussischblau und Cadmiumrot genannt.

Das Granulierhilfsmittel hat folgende Aufgabe:

- 1) es benetzt die Pigmentoberfläche ausreichend für die Bildung von Agglomeraten.
- 2) Es gibt den so gebildeten Agglomeraten die nötige Festigkeit gegen mechanische Beanspruchung und Lagerung ohne jedoch die Dispergierbarkeit des Pigmentes im Applikationsmedium zu beeinträchtigen.
- 3) Es muss versprühbar und mit dem Applikationsmedium verträglich sein und soll dadurch die Pigmenteigenschaften verbessern.

Als Beispiele von Granulierhilfsmitteln seien genannt:

a) Organische Flüssigkeiten

Diese sind empfehlenswert, wenn die Oberfläche des Ausgangspigmentes gering ist, wie beispielsweise bei anorganischen Pigmenten und wenn das Pigment bereits Harz enthält, beispielsweise mindestens 20 % bez. auf das Gewicht des Pigments. In solchen Fällen genügt das Besprühen des reszinierten Pigmentpulvers mit Lösungsmittel, wobei das Harz etwas klebrig wird und die Pigmentpartikel miteinander verklebt.

Als Beispiele organischer Flüssigkeiten seien genannt:

Geradkettige aliphatische oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe mit hohem Siede- und Entzündungspunkt die bis zu 20 Gew. % aromatische Lösungsmittel enthalten können, gebräuchliche flüssige Weichmacher für PVC, wie Dialkyladipate, -sebacate oder -phthalate, z.B. Dioctylphthalat, und andere Ester mit hohem Siedepunkt, ferner Oleylalkohol.

b) Lösungen von Harzen in organischen Flüssigkeiten

Abietinsäure und ihre Ester, Diglykolmonostearat, Celluloseacetobutyrat; Erdalkalimetallsalze von Fettsäuren mit 12-20 C-Atomen, z.B. Stearinsäure; Fettsäuren mit 12-20 C-Atomen; Fettalkohole; Amine mit 12-20 C-Atomen, z.B. Stearylamin oder Rosinamin; Triglyceride von 12-Hydroxystearinsäure; Malein- und Phenolharze, modifizierte, z.B. hydrierte oder polymerisierte Kolophoniumharze, Glycerinester von Abietinsäure, Alkydharze, mit synthetischer Fettsäure modifizierte Alkydharze, Harze auf Basis von Leinöl oder Rizinusöl, Polyesterharze auf Basis von Phthalsäure. Bevorzugte Lösungsmittel sind die unter a) erwähnten.

c) Mischungen organischer Flüssigkeiten mit Wachsen

Das Wachs kann in eine Flüssigkeit gelöst, emulgiert oder fein dispergiert sein, wobei die Mischung in Konzentrationen von 0,1 - 50 % in der Sprühdüse keine Paste bilden darf.

Geeignete Wachse sind Paraffine, C_{12} - C_{22} Fettalkohole wie Cetylalkohol und Polyamidwachse. Als organische Flüssigkeit sind die unter a) genannten bevorzugt.

d) Mischungen organischer Flüssigkeiten mit Harzen und Wachsen.

Irgend eine Mischung der unter a) genannten Flüssigkeiten mit den unter b) genannten Harzen und den unter c) erwähnten Wachsen können verwendet werden.

e) Geschmolzene Wachse

Als Beispiele kommen niedrig-schmelzende Polyesterwachse in Betracht.

Die Wahl des Granulierhilfsmittels hängt von verschiedenen Faktoren ab.

Die Wahl der Art und Konzentration des Granulierhilfsmittels hängt von der Art der Applikation (z.B. ob Tinte, Lack oder plastische Masse) und der Natur der Pigmentoberfläche (z.B. ob sie polar, unpolar, hydrophil oder hydrophob ist) ab, und der spezifischen Oberfläche des Pigmentes. Die Art der Pigmentes und sein Herstellungsverfahren spielen ebenfalls eine wichtige Rolle bei der Wahl des Granulierhilfsmittels.

Die Menge liegt vorzugsweise zwischen 5 - 50 % insbesondere 5 - 20 % bezogen auf das Pigmentgewicht. Je staubreicher ein Pigment ist, desto mehr Granulierhilfsmittel wird benötigt.

Die Temperatur des Granulierhilfsmittels beim Versprühen sowie die Temperatur des Fliessbettes liegt zwischen 20 - 100° C, vorzugsweise zwischen 20 - 60° C. Bei Verwendung von Wachsen muss die Temperatur hoch genug sein um ein Erstarren des Wachses in der Düse zu verhindern. Bei Mischungen von Harzen oder Wachsen und organischen Flüssigkeiten muss die Temperatur so gewählt werden, dass die Sprühfähigkeit gewährt bleibt und eine einwandfreie Benetzung der Pigmentpartikel erfolgt. Die Zugabe des Granulierhilfsmittels kann kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen.

Eine bevorzugte Ausführungsform des Verfahrens gemäss vorliegender Erfindung erfolgt diskontinuierlich in einer Apparatur gemäss beiliegender Zeichnung.

Zum besseren Verständnis der Erfindung und seiner bevorzugten Ausführungsform soll beiliegende Zeichnung dienen.

Die Apparatur enthält einen Behälter 1, bestehend aus einer luftgeheizten Kammer 2 und damit verbunden die Fliessbettkammer 3. Die luftbeheizte Kammer 2 ist mit einem Luftfilter 4, einem Saugrohr 5 und einem Heizkörper 6 versehen. Wahlweise kann der Ventilator sich auch im Ausgangsrohr 17 befinden, so dass die Luft durch das Fliessbett gezogen anstatt gedrückt wird. Die Kammern 2 und 3 sind durch den

030016/0822

Gang 7, welcher ein Sieb 8 enthält, verbunden, welches den Boden der Fliessbettkammer 3 bildet.

Die Fliessbettkammer enthält eine Sprühvorrichtung bestehend aus einer Dosierpumpe 9 mit einem Eingang für die Lösung, Emulsion oder Dispersion des Granulierhilfsmittels und einen Ausgang 11, welcher zur Düse 12 führt. Ueber der Düse ist ein Filter 16 um das granulierende Material in der Fliessbettkammer zurückzuhalten. Ueber dem Filter ist eine Reinigungsvorrichtung, bestehend aus Eingangsrohr 13 einem Hahn 14 und den Luftdüsen 15. Die Filterreinigung kann auch durch eine Schüttelvorrichtung erfolgen. Ueber der Fliessbettkammer befindet sich der Luftausgang 17, das zu granulierende Material 18 befindet sich im Boden der Fliessbettkammer 3.

Die Durchführung des Verfahrens erfolgt folgendermassen:

Stufe a):

Die Fliessbettkammer 3 wird mit trockenem Pigmentpulver 18 beschickt, heisse Luft wird in Kammer 2 erzeugt und durch das Pigmentpulver geblasen, um es aufzuwirbeln. Die Lufttemperatur bei Eingang beträgt 20 - 100° C, zweckmässig 20 - 60° C; die Temperatur der ausströmenden Luft beträgt 20 - 50° C und ist abhängig von der Temperatur der einströmenden Luft, den Zusätzen und der Verweilzeit letzterer. Der Luftstrom wird so bemessen, dass das Pulver genügend aufgewirbelt wird und ist abhängig von der Grösse der Apparatur und des Ansatzes der Grösse und Dichte der Pigmentteilchen. Der Luftstrom kann während der Granulierung verändert werden, um ihn der veränderten Partikelgrösse, Form und Dichte des Pigmentes anzupassen.

Dann wird Luft über die Düsen 15 durch den Filter 16 geleitet, um dort haftende Pigmentpartikel zum Fliessbett zurückzublasen.

Die Granulierung erfolgt durch Sprühen des Granulierhilfsmittels in den Granulierbereich 18; die zu versprühende Flüssigkeit wird der Düse 12 zugeführt und dort gegebenenfalls unter

Anwendung komprimierter Luft versprüht. Die Sprühzeit hängt von den Zusätzen, deren Konzentration und Menge, der Form des Pigments, der Stärke des Luftstromes und der Temperatur ab. Gewöhnlich liegt die Zeit zwischen 5 - 60, vorzugsweise zwischen 10 - 30 Minuten.

Nach beendeter Granulierung wird die Wirbelung gewöhnlich während 1 - 30 Minuten aufrechterhalten um die Trocknung zu vervollständigen. Dies erfolgt vorzugsweise bei einer Temperatur, die tiefer liegt als die Granuliertemperatur, um eine Ueberhitzung des Produkts zu vermeiden. Schliesslich wird das gebildete Granulat aus der Fließbettkammer entfernt.

Stufe b):

Ohne dass eine Neubeschickung der Apparatur oder deren Oeffnung erforderlich ist, wird das in Stufe a) erhaltene Minigranulat mit einem oberflächenaktiven Mittel behandelt.

Das oberflächenaktive Mittel kann vom nichtionogenem kationischem oder anionischem Typ sein. Diese dienen zugleich als Netz- und Bindemittel und können die Eigenschaften des Pigmentes günstig beeinflussen.

Die nicht-ionogenen oberflächenaktiven Mittel können in folgende Klassen unterteilt werden:

a) Monoäther von Polyglykolen mit langkettigen Fettalkoholen, z.B. das Kondensationsprodukt von 5 - 20 Mol Äthylenoxid mit einem C16-C18-Fettalkohol, z.B. Cetylalkohol.

b) Monoester von Polyglykolen mit langkettigen Fettamiden, z.B. die Kondensationsprodukte von 5-20 Mol Äthylenoxid mit einer Fettsäure von 12-18 C-Atomen, z.B. Laurinsäure oder Stearinsäure, insbesondere Polyoxyäthylenmonolaurat.

- c) Monoäther von Polyglykolen mit Alkylphenolen, z.B. Reaktionsprodukte von 5-20 Mol Äthylenoxid mit C₆-12 Alkylphenol, z.B. Nonylphenol.
- d) N,N-Polyäthoxyliertes, langkettiges Fettamin, z.B. das Umsetzungsprodukt von 5-50 Mol Äthylenoxid mit einem C₁₂-C₁₈ Fettamin, z.B. Kokosamin und Tallamin.
- e) N,N-Polyäthoxylierte, langkettige Fettamide, z.B. das Reaktionsprodukt von 5-50 Mol Äthylenoxid mit hydriertem Tallamid.
- f) Esteräther von Polyglykolen mit cyclischen Alkoholen und Fettsäuren, z.B. Polyoxyäthylensorbitoleat oder -laurat.
- g) Kondensationsprodukte von Polyglykolen, z.B. das Kondensationsprodukt von Polyoxypropylen und Polyoxyäthylenglykol und
- h) Glykole von Alkinen.

Typische kationische oberflächenaktive Mittel sind sekundäre und tertiäre Amine und Alkylpropylendiamine. Diese werden entweder als Salze mit C₁-C₄ Fettsäuren oder als quaternierte Ammoniumsalze in Lösung, Dispersion oder Emulsion versprüht.

Als anionische oberflächenaktive Mittel seien die Alkali-, Ammonium- oder Aminsäure (insbesondere flüchtiger Amine von niedrigem Molekulargewicht, wie Morpholin oder Triäthylamin) von Fettsäuren oder Fettaminsulphaten, z.B. Alkalistearat, Alkalialkylsulfonat, wie Kaliumdodecylsulfonat; Alkali-Alkarylsulfonate, wie Natriumdodecylbenzolsulfonat; Fettsäuresarcosinate; sulfonierte Alkylester langkettiger Fettsäuren und Alkylsulfosuccinate, Alkalisalze von Polyacrylsäuren, sulfonierten Monoäthern von Polyglykolen mit Alkylphenolen, wie Nonylphenolen und insbesondere die Ammoniumsalze von partiell hydriertem Kolophonium.

Es können auch Mischungen verschiedener oberflächenaktiven Mittel, sowie Mischungen letzteren mit Bindemitteln oder die Pigmenteigenschaften verbessernden Mittel verwendet werden. Besonders geeignete Bindemittel sind anionische oder nicht-ionogene wasserlösliche Polymere, beispielsweise Cellulosederivate, wie Hydroxyäthylhydroxypropyl- oder Natriumcarboxymethylcellulose, ferner Polyrinylalkohol verschiedenen Hydrolysegranulates ausgehend vom Acetat und Polyrinylpyrrolidon.

Schliesslich wird in Stufe (c) das erhaltene Granulat vom Fliessbett entfernt.

Das erhaltene Granulat ist praktisch trocken, d.h. es enthält in den meisten Fällen nicht mehr als 2 % Wasser. Es ist staubarm, leicht zu handhaben, freifliessend und ermöglicht ein sauberes umweltfreundliches Arbeiten ohne gesundheitliche Schäden.

In den nachfolgenden Beispielen bedeuten die Teile Gew.-Teile, und die Prozente Gewichtsprozente, sofern nichts anderes angegeben.

Beispiel 1: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulats

86,95 % CI Pigment Yellow No. 13 (hergestellt gemäss GB-PS 1,356,253)
13,05 % Mineralöl.

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: frei fliessendes staubarmes körniges Pulver.

Korngrößenverteilung:

< 0.3 mm	0.3-0.7 mm	< 0.7 mm
27 %	72 %	1 %

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	21°
Temperatur des Granulierungshilfsmittels	21°
Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile des obigen Pigmentes.
Granulierungshilfsmittels	37.5 Teile Mineralöl.
Sprühdruck	0,2 at.
Sprühzeit	6-8 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Mengen des Granulates und des Ausgangspulvers werden in eine litographische Drucktinte eingearbeitet. Es sind keine Unterschiede in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 2: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

86.94 % CI Pigment Yellow 13
6.53 % Staybeliteharz (partiell hydriertes Kolophonium)
6.53 % Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

< 0.3 mm	0.3-0.7 mm	> 0.7 mm
34 %	49 %	17 %

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	75°
Temperatur des Granulierhilfsmittels	60°
Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Yellow 13
Granulierhilfsmittel bestehend aus	37 1/2 Teile einer Mischung 50 % Staybeliteharz 50 % Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at.
Sprühzeit	6-8 Minuten.

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen des Granulates und des Ausgangspulvers werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Es sind keine Unterschiede in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 3: Trockense Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

90,9 % CI Pigment Yellow No. 13

6.83 % Dioktylphthalat

2.27 % Staybelitharz

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

< 0.3 mm	0.3-0.7 mm	> 0.7 mm
25 %	74 %	1 %

c) Verfahrenbedingungen

Temperatur des Fließbettes 21°

Temperatur des Granulierhilfsmittels 21°

Luftstrom 10-15 m³/Std.

Pigmentladung 250 Teile CI Pigment Yellow 13

bestehend aus

25 Teilen einer Mischung

25 % Staybelitharz

75 % Dioktylphthalat

Sprühdruck

0,2 at

Sprühzeit

6-8 Min.

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in weichgemachtes PVC eingearbeitet. Es war kein Unterschied in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 4: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung der Granulates

86.95 % CI Pigment Yellow No. 13 (hergestellt gemäss GB-PS 1 356 253)
 2.18 % Staybeliteharz
 4.35 % Polyesterwachs
 6.52 % Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften

Aussehen: staubarmes körniges Pulver
 Korngrößenverteilung

< 0.3 mm	0.3-0.7 mm	> 0.7 mm
22 %	67 %	11 %

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	21°
Temperatur des Granulierhilfsmittels	50-60°
Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile des obigen Pigmentes
Granulierhilfsmittel	37 1/2 Teile einer Mischung bestehend aus
	16 2/3 % Staybeliteharz
	33 1/3 % Polyesterwachs
	50 % Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	6-8 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen des Granulates und des Ausgangspulvers werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Es sind keine Unterschiede

in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 5: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

90.66 % CI Pigment Yellow No. 13 (hergestellt gemäss GB-PS 1.356.253)

1.51 % Staybeliteharz

7.53 % Mineralöl

0.3 % Hydroxypropylcellulose

b) Physikalische Eigenschaften

Aussehen: staubarmes freifliessendes körniges Pulver

Korngrössenverteilung:

< 0.15 mm	0.15-0.3 mm	0.3-0.5 mm	0.5-0.7 mm	0.7-1.0 mm	> 1.0 mm
4.5 %	17.9 %	62.2 %	7.6 %	3.4 %	4.4 %

c) Verfahrenbedingungen

1. Stufe. Temperatur des Fliessbettes

21°

Temperatur des Granulierhilfsmittels

90°

Luftstrom

10-15 m³/Std.

Pigmentladung

250 Teile des

obigen Pigments

25 Teile einer

Mischung bestehend

aus

16.67 % Staybelite-

harz

83.33 % Mineralöl

0.2 at

6-8 Minuten

Granulierhilfsmittel

Sprühdruck

Sprühzeit

030016/0822

2. Stufe. Temperatur des Fliessbettes

Temperatur des Zusatzes

Luftstrom

Zusatz

90°

21°

10-15 m³/Std.

220 Teile einer

Mischung aus

Hydroxypropyl-
cellulos

4,5 % Ammoniak-

lösung (SG=0.880)

95.16 % Wasser

0.2 at

50 Minuten

10 Minuten

Sprühdruck

Sprühzeit

Trocknungszeit

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Die etwas geringere Farbstärke der mit dem Granulat erhaltenen Färbung ist auf den Gehalt an Granulierhilfsmittel zurückzuführen.

Beispiel 6: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

88.89 % CI Pigment No. 15.3

8.89 % Paraffin-Spindelöl

0.44 % Carboxymethylcellulose

1,78 % Staybeliteharz

b) Physikalische Eigenschaften

Aussehen - körniges Pulver das wesentlich staubärmer als das Ausgangspigment ist.

Korngrößenverteilung

< 0.3 mm	0.3-0.5 mm	> 0.5 mm
21,7 %	29.3 %	49 %

c) Verfahrensbedingungen:

1. Stufe	Temperatur des Fliessbettes	21°
	Temperatur des Granulierhilfsmittels	90°
	Luftstrom	10-15m ³ /Std.
	Pigmentladung	250 Teile
	Granulierhilfsmittel	CI Pigment 15.3
		25 Teile Paraffin-
		Spindelöl
	Sprühdruck	0.2 at
	Sprühzeit	6-8 Minuten
2. Stufe	Temperatur des Fliessbettes	90°
	Temperatur des Zusatzes	21°
	Luftstrom	10-15m ³ /Std.
	Zusatz	210 Teile einer
		Mischung aus
		0.6 % Carboxy-
		methylcellulose
		2.38 % Staybelite-
		harz Ammonium-
		salz
		5.7 % Ammoniak-
		lösung (SG-O.880)
		91.32 % Wasser
	Sprühdruck	0.2 at
	Sprühzeit	40 Minuten
	Trocknungszeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Die etwas geringere Farbstärke der mit dem Granulat erhaltenen Färbung ist auf den Gehalt an Granulierhilfsmittel zurückzuführen.

Beispiel 7: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates:

90.9 % CI Pigment Red No. 101

9.1 % Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges frei fliessendes Pulver

Korngrößenverteilung:

< 0.3 mm	0.3-0.5 mm	> 0.5 mm
17.1 %	26.9 %	56 %

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	21°
Temperatur des Granulierhilfsmittels	90°
Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
Pigmentladung	500 Teile
Granulierhilfsmittel	CI Pigment Red 101
	50 Teile Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	12-14 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Die etwas geringere Farbstärke der mit dem Granulat erhaltenen Färbung ist auf den Gehalt an Granulierhilfsmittel zurückzuführen.

Beispiel 8: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

86.95 % CI Pigment Yellow 62.1
13.05 % Oleylalkohol

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver
Korngrößenverteilung:

< 0.15 mm	0.15-0.3 mm	0.3-0.5 mm	> 0.5 mm
11.4 %	31.4 %	26.8 %	30.4 %

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	90°
Temperatur des Granulierhilfsmittels	21°
Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile
	CI Pigment
	Yellow 62.1
Granulierhilfsmittel	37.5 Teile
	Oleylalkohol
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	10-12 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigmente werden in weichgemachtes PVC eingearbeitet. Es war kein Unterschied in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 9: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

85.80 % CI Pigment Yellow No. 109
12.87 % Mineralöl

0.43 % Carboxymethylcellulose

0.90 % Staybeliteharz

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes, körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

≤ 0.3 mm	0.3-1.0 mm	1.0-1.6 mm	> 1.6 mm
20.8 %	30.3 %	24 %	24.9 %

c) Verfahrensbedingungen:

1. Stufe	Temperatur des Fließbettes	90°
	Temperatur des Granulierhilfs-	21°
	mittels	
	Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
	Pigmentladung	250 Teile
	Granulierhilfsmittel	CI Pigment 109 37,5 Teile Mineral- öl
2. Stufe	Sprühdruck	0.2 at
	Sprühzeit	10-12 Minuten
	Temperatur des Fließbettes	90°
	Temperatur des Zusatzes	21°
	Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
	Zusatz:	175 Teile einer Mischung aus 0.7 % Carboxymethyl- cellulose 1.5 % Staybelite- harz, Ammoniumsalz 5.7 % Ammoniak- lösung (SG=0.880) 92.1 % Wasser

Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	25 Minuten
Trocknungszeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einen Alkyd-Melaminharzlack eingearbeitet. Es ist kein Unterschied in den Färbungen feststellbar.

Beispiel 10: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

- 86.95 % CI Pigment Yellow No. 93
- 0.16 % "Wolframid 7" Harz (Polyamideharz)
- 12.89 % Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

< 0.15 mm	0.15-0.5 mm	0.5-0.7 mm	> 0.7 mm
1.5 %	11.5 %	78 %	9.0 %

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fließbettes	21°
Temperatur des Granulierhilfsmittels	70°
Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Yellow 93
Granulierhilfsmittel	37.5 Teile einer Mischung aus
	1.2 % "Wolframid 7" -Harz
	98.8 % Mineralöl
Sprühdurch	0.2 at
Sprühzeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einen Dekorationslack eingearbeitet. Die mit dem Granulat erhaltene Färbung ist etwas schwächer, was auf den Gehalt eines Granulierhilfsmittels zurückzuführen ist.

Beispiel 11: Trocken pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

88.89 % C.I. Pigment Yellow No. 34
8.89 % Mineralöl
0.44 % Carboxymethylcellulose
1.78 % Staybeliteharz

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

c) Verfahrensbedingungen

1. Stufe	Temperatur des Fließbettes	90°
	Granulierhilfsmittels	21°
	Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
	Pigmentladung	500 Teile
	Zusatz	CI Pigment Yellow 34
	Sprühdruck	50 Teile Mineralöl
	Sprühzeit	0.2 at
		12-14 Minuten
2. Stufe	Temperatur des Fließbettes	90°
	Temperatur des Zusatzes	21°
	Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
	Zusatz	340 Teile einer
		Mischung aus 0.74 %
		Carboxymethyl-

	cellulose
	2.94 % Staybelite-
	harz (als Ammonium-
	salz)
	5.28 % Ammoniak-
	lösung (SG=0.880)
	91.04 % Wasser
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	55 Minuten
Trocknungszeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einen Dekorlack eingearbeitet. Es ist kein Unterschied der Färbung feststellbar.

Beispiel 12: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

86.95 % CI Pigment Yellow 13
0.16 % "Wolframid 7" -Harz
12.89 % Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: Staubarmes körniges Pulver.

Korngrößenverteilung

< 0.15 mm	0.15-0.3 mm	0.3-0.5 mm	0.5-0.7 mm	> 0.7 mm
4 %	11.6 %	39.3 %	36.4 %	8.7 %

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fließbettes 90°

Temperatur des Granulierhilfsmittels 75°

Luftstrom	10-15m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Yellow 13
Granulierhilfsmittel	37.5 Teile einer Mischung aus 1.2 Z "Wolframid7"-Harz 98.8 Z Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	9-10 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Mengen des Granulates und des Ausgangspulvers werden in eine litographische Drucktinte eingearbeitet. Es sind keine Unterschiede in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 13: Trockense Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

90.9 Z C.I. Pigment White No. 6
1,52 Z Pentalyn 255 (Maleinsäure-Kondensationsharz
7.58 Z 2-Aethylenhexansäure

b) Physikalische Eigenschaften:

Staubarmes körniges Pulver
Korngrößenverteilung

0.15 mm	0.15-0.5 mm	0.5-1.0 mm	> 1.0 mm
5,8 Z	24.8 Z	47.7 Z	21.7 Z

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fliessbettes	90°
Temperatur des Zusatzes	21°
Luftstrom	10-15m ³ /Std.
Pigmentladung	500 Teile CI Pigment White 6

Granulierhilfsmittel

50 Teile einer Mischung aus

16.67 % Pentalyne 225 Harz

83.33 % 2-Aethylhexansäure

Sprühdruck

0.2 at

Sprühzeit

12 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gerade Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einen Dekorlack eingearbeitet. Die mit dem Granulat erhaltenen Färbung ist etwas schwächer, was auf den Gehalt eines Granulierhilfsmittels zurückzuführen ist.

Beispiel 14: Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

90.91 C.I. Pigment White No. 6

9.09 % Reomol D 79/P (Gemischter Phtalatweichmacher)

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes frei fliessendes körniges Pulver.

Korngrößenverteilung:

< 0.15 mm	0.15-0.3 mm	0.3-1.0 mm	> 1.0 mm
17.7 %	28.8 %	27.8 %	25.7 %

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fließbettes

90°

Temperatur des Granulierhilfsmittels

21°

Luftstrom

10-15 m³/Std.

Pigmentladung

500 Teile

Granulierungshilfsmittel

CI Pigment White 6

50 Teile

Reomol D79/P

Sprühdruck

0.2 at

Sprühzeit

10-12 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in weichgemachtes PVC eingearbeitet. Es war kein Unterschied in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 15: Trocken pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates

87.93 % CI Pigment Red No. 144

8.79 % Solvesso 150 (Kohlenwasserstoffgemisch)

3.06 % Staybeliteharz

0.22 % Carboxymethylcellulose

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

< 0.15 mm	0.15-0.3 mm	0.3-0.5 mm	0.5-1.0 mm	> 1.0 mm
7.5 %	20.3 %	15.3 %	35.3 %	21.6 %

c) Verfahrensbedingungen:

1. Stufe	Temperatur des Fließbettes	21°
	Temperatur des Granulierhilfsmittels	21°
	Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
	Pigmentladung	250 Teile des
		obigen Pigmentes
	Granulierhilfsmittel	31.25 Teile einer
		Mischung
		20% Staybeliteharz
		80 Mineralöl

	Sprühdruk	0.2 at
	Sprühzeit	12-14 Minuten
2. Stufe	Temperatur des Fliess-	90°
	bettes	
	Temperatur des Zusatzes	21°
	Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
	Zusatz	110 Teile einer Mischung aus
		0.57 % Carboxymethylcellulose
		2.23 % Staybeliteharz
		(als Ammonsalz)
		88.2 % Wasser
	Sprühdruk	0.2 at
	Sprühzeit	20-25 Minuten
	Trocknungszeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einem Dekorlack eingearbeitet. Die mit dem Granulat erhaltene Färbung ist etwas schwächer, was auf den Gehalt eines Granulierhilfsmittels zurückzuführen ist.

Beispiel 16: Trockense Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates

86.95 % C.I. Pigment Red No. 144
13.05 % Remol D79/P

b) Physikalische Eigenschaften

Korngrössenverteilung

0.15 mm	0.15-0.3 mm	0.3-0.5 mm	0.5-0.7 mm	0.7-1.0 mm	> 1.0 mm
6.9 %	16.3 %	31.9 %	26.2 %	13.5 %	5.2 %

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fliessbettes	21°
Temperatur des Granulierhilfsmittels	21°
Luftstrom	10-15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Red 144
Granulierhilfsmittel	37.5 Teile Reomol D79/P
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	10-12 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in weichgemachtes PVC eingearbeitet. Die etwas geringere Farbstärke der Granulatfärbung ist auf das Granulierhilfsmittel zurückzuführen.

-30-

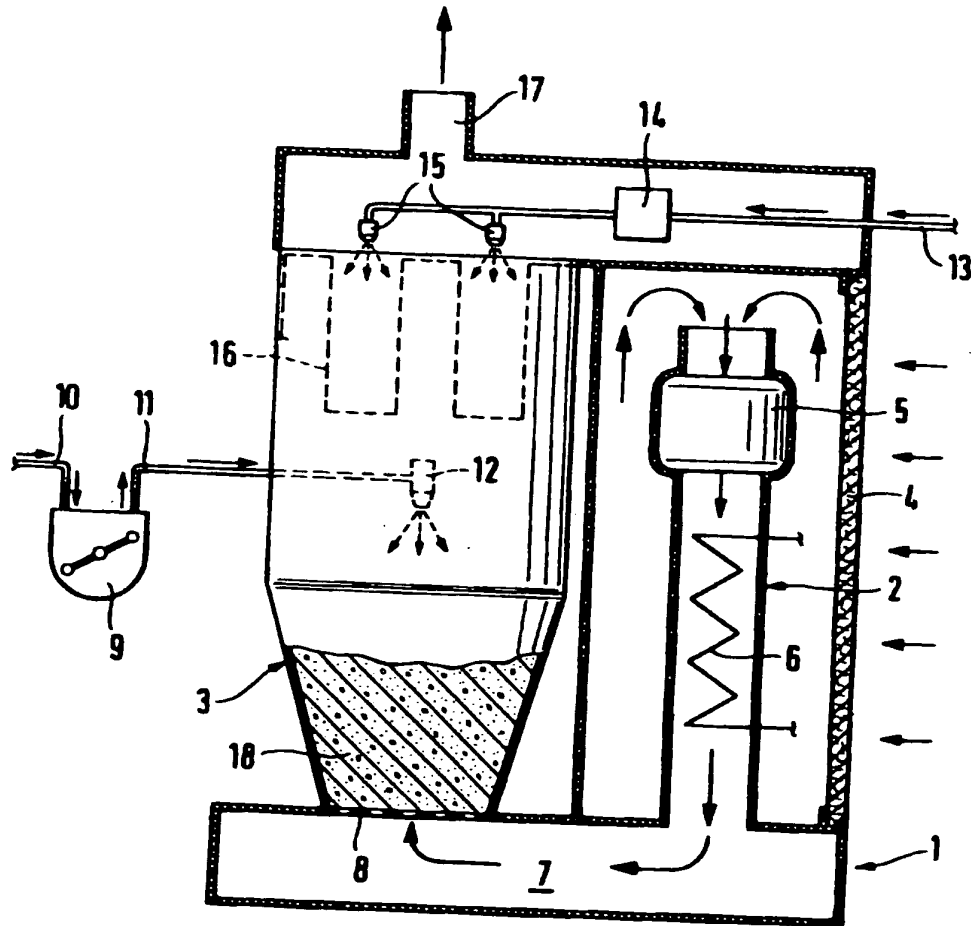
Leerseite

2940156

- 31 -

Nummer:
Int. Cl. 2:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

29 40 156
C 03 C 3/00
3. Oktober 1979
17. April 1980



030016/0822